

Profil Kromatogram dari Variasi Konsentrasi Pelarut Etanol Ekstrak Daun Leilem Serta Penentuan Nilai SPF

Elly Juliana Suoth^{1,*}, Karlah Lifie Mansauda¹, Deby Mpila¹, Surya Sumantri¹

¹Program Studi Farmasi, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan
Universitas Sam Ratulangi

*Email: ellysuoth@unsrat.ac.id

ABSTRAK

Penelitian ini bertujuan untuk melihat profil kromatogram dari ekstrak daun leilem dengan pelarut etanol 50%, etanol 70% serta etanol 95%. Ekstraksi dilakukan secara maserasi yang selanjutnya dilihat profil metabolit sekunder dengan menggunakan metode kromatografi lapis tipis. Eluen yang digunakan yaitu campuran pelarut n-heksan dan etil asetat dengan beberapa perbandingan selanjutnya ekstrak di uji aktivitas antioksidan dan ditentukan nilai SPF. Penelitian dilanjutkan dengan pembuatan sediaan gel dengan bahan aktif ekstrak daun leilem serta pengujian antioksidan dan nilai SPF dari sediaan gel tersebut. Hasil yang diperoleh profil kromatogram pada ekstrak etanol 70% dan 95% terdapat banyak bercak yang muncul setelah diamati pada sinar UV 366 nm sedangkan pada ekstrak etanol 50% menampakkan noda pemisahan hanya pada sinar UV 254 pada perbandingan pelarut n-heksan : etil asetat 10:1. Hasil antioksidan dengan metode DPPH menunjukkan nilai persen inhibisi ekstrak etanol 70% yaitu 57,6 sedangkan pada sediaan gel ekstrak etanol 50% menunjukkan persen inhibisi yang tertinggi yaitu 68,9. Untuk nilai SPF ekstrak meningkat setelah diformulasikan dalam sediaan gel.

Kata kunci: Daun leilem, ekstrak etanol, SPF, antioksidan, Gel

ABSTRACT

This research aimed to observe chromatogram profile of leilem leaf extract using 50% ethanol, 70% ethanol and 95% ethanol as solvents. Extraction was carried out by maceration and then the secondary metabolite profile was viewed using the thin layer chromatography method. The eluent used was a mixture of n-hexane and ethyl acetate solvents with several comparisons, then the extract was tested for antioxidant activity and the SPF value was determined. The research continued with making a gel preparation with the active ingredient leilem leaf extract as well as testing the antioxidant and SPF values of the gel preparation. The results obtained from the chromatogram profile of the 70% and 95% ethanol extracts showed many spots that appeared after being observed under 366 nm UV light, whereas the 50% ethanol extract showed separation spots only under UV 254 light at a solvent ratio of n-hexane: ethyl acetate 10: 1. The antioxidant results using the DPPH method showed the percent inhibition value of 57,6 for 70% ethanol extract, while the 50% ethanol extract gel preparation showed the highest percent inhibition, of 68.9. The SPF value of the extract was increased after being formulated in a gel preparation.

Key words: Leilem leaves, ethanol extract, SPF, antioxidant, gel

PENDAHULUAN

Penelitian yang dilakukan pada tahun 2022 yang menguji aktivitas antioksidan dari ekstrak kasar dan beberapa fraksi daun leilem menyatakan bahwa ekstrak kasar etanol memiliki aktivitas antioksidan yang lebih baik dibandingkan dengan fraksi n-heksan serta fraksi etil asetat yang ditunjukkan dengan nilai IC₅₀ dari ekstrak kasar etanol lebih tinggi dibandingkan fraksi yang lain (Suoth dkk.,2022). Aktivitas antioksidan dari ekstrak etanol daun leilem dapat berkorelasi dengan efek farmakologis lainnya seperti dapat dijadikan sebagai bahan aktif sediaan tabir surya yang merupakan sediaan topical sebagai tabir surya yang berfungsi untuk menghalau sinar UVA dan UVB yang dipancarkan oleh matahari sehingga komponen penyusun kulit tidak teroksidasi atau merusak permukaan kulit. Penelitian ini juga

sangat penting untuk mendapatkan suatu sediaan topical khususnya sediaan kosmetika yang berfungsi sebagai tabir surya mengingat saat ini produk kosmetik yang beredar sangat banyak namun banyak pula yang memformulasikan bahan-bahan berbahaya dalam sediaan kosmetika sehingga memiliki efek samping buruk bagi kesehatan

Kajian artikel lain menerangkan bahwa genus *Clerodendrum* juga mempunyai aktivitas farmakologi yang lain seperti memiliki aktivitas sebagai antibakteri terhadap bakteri gram positif dan 118iltrate dimana diperkirakan yang berperan adalah senyawa flavonoid dari genus *Clerodendrum infortunatum*. Selain itu juga memiliki aktivitas sebagai anti inflamasi serta literature lain juga mencantumkan sebagai antioksidan yang diuji terhadap *Clerodendrum trichotomum* (Shrivastava dkk, 2007).

Pada penelitian yang juga dilakukan tahun 2022, didapatkan bahwa ekstrak yang telah diformulasikan pada sediaan krim tetap memiliki aktivitas sebagai antioksidan yang baik pada ekstrak kasar etanol 95%. Untuk itu penulis melakukan penelitian lanjutan terhadap daun leilem dengan membuat ekstrak dari pelarut etanol 50%, 70% dan 95% kemudian di lihat profil metabolit sekundernya menggunakan metode kromatografi lapis tipis pada larutan pengembang yang berbeda-beda, selanjutnya dianalisis nilai SPF dari ekstrak serta sediaan gel bahan aktif ekstrak daun leilem untuk mengetahui aktivitas tabir surya sediaan krim dalam menghambat kerusakan kulit karena sinar UVA dan sinar UVB yang berasal dari sinar matahari.

BAHAN DAN METODE

Daun leilem dari Desa Sea Tumpengan Kecamatan Pineleng Kabupaten Minahasa,. Bahan-bahan kimia yang digunakan dalam penelitian yaitu daun leilem, etanol, n-heksan, etil asetat, lempeng kromatografi lapis tipis (KLT) diperoleh dari E. Merck (Darmstadt, Germany) sedangkan gliserol, propilenglikol, carbopol dan TEA berkualifikasi teknis.

Penyiapan sampel

Sampel daun leilem dibersihkan, dicuci dengan air mengalir dan di keringkan pada oven dengan suhu 40 °C sampai kadar air mencapai kurang dari 10%. Sampel yang telah kering kemudian digiling dengan ayakan berukuran 60 mesh untuk persiapan ekstraksi.

Ekstraksi

Sampel kering yang telah dihaluskan ditimbang sebanyak 200 g kemudian dimaserasi dengan masing-masing menggunakan pelarut etanol 96%, etanol 70% dan etanol 50% sebanyak 2 liter. Sampel dimaserasi selama 3 x 24 jam sambil sesekali diaduk. Setelah proses maserasi selesai, di saring menggunakan kertas saring untuk memisahkan filtrat dan debris. Filtrat yang diperoleh di uapkan pelarutnya dengan menggunakan alat *rotary evaporator* menggunakan suhu 45°C. Ekstrak kental yang diperoleh di simpan dalam *refrigerator* untuk selanjutnya digunakan dalam pengujian (Normansyah dkk., 2018)

Profil metabolit sekunder dengan metode kromatografi lapis tipis

Ekstrak kental yang diperoleh dibuat dalam konsentrasi tertentu kemudian dianalisis menggunakan metode kromatografi lapis tipis dengan fase diam yang digunakan adalah lempeng silika gel. Masing-masing ekstrak kemudian ditotolkan pada lempeng KLT dengan jarak 2 cm dari tepi bawah menggunakan pipet kapiler kemudian dimasukkan dalam chamber yang terlebih dahulu telah dijenuhkan dengan pelarut untuk di elusi. Selanjutnya setelah proses elusi selesai, lempeng KLT diangin-anginkan kemudian dilihat di bawah lampu UV 256 nm dan 366 nm (Wardhani dkk., 2012).

Formulasi gel tabir surya

Bahan yang digunakan untuk pembuatan gel yaitu ekstrak, carbopol (1), TEA (0,05), gliserin (2), propilenglikol (1), akuades sampai (20). Pembuatan gel dimulai dengan mengembangkan karbopol dengan air panas suhu 70°C kemudian tambahkan ekstrak menjadi campuran 1. Campuran 2 adalah bahan lainnya dilarutkan dengan sedikit air. Campuran 1 dan campuran 2 dijadikan satu sambil diaduk kemudian dicukupkan dengan aquadest sampai 20 g dan diaduk sampai homogen (Anita & Dyah., 2018).

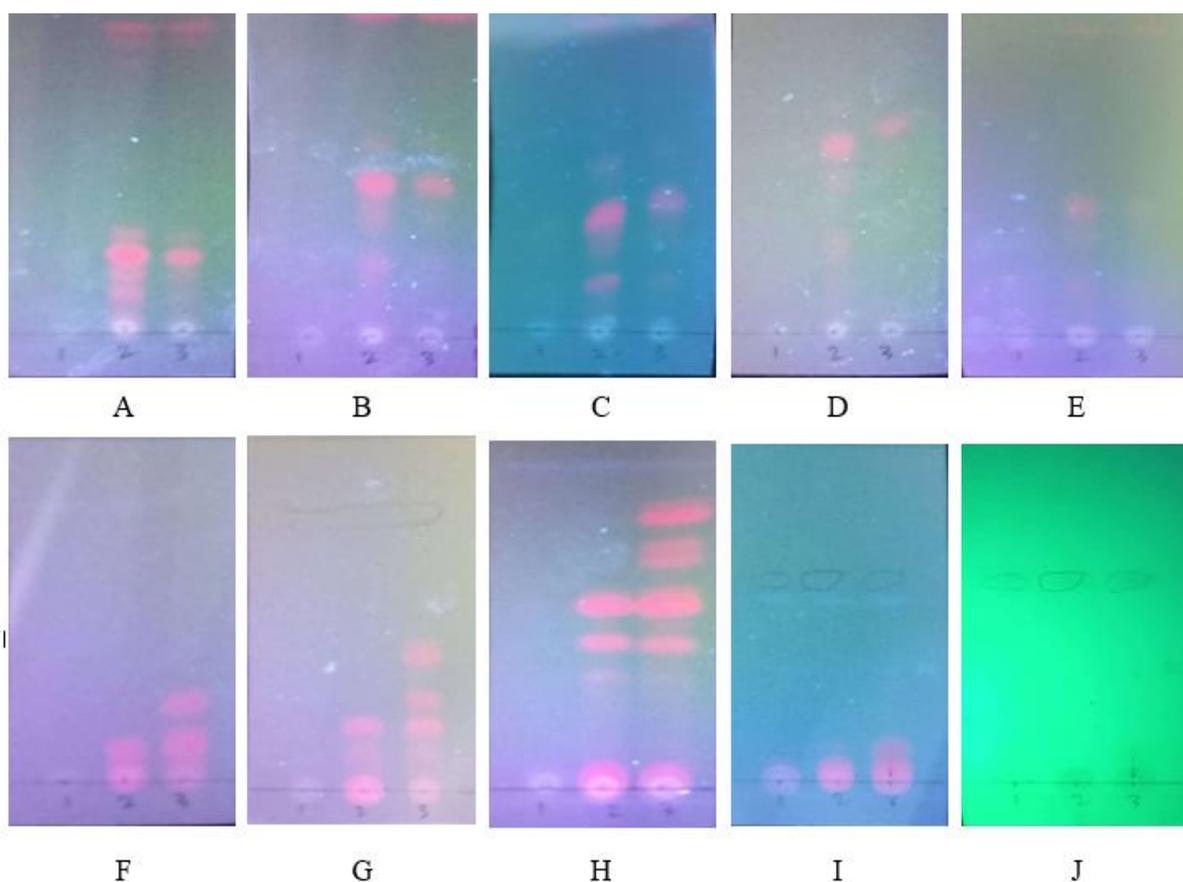
Analisis nilai SPF ekstrak dan sediaan gel

Penentuan nilai SPF dilakukan terhadap ekstrak etanol 50%, ekstrak etanol 70% dan ekstrak etanol 95% serta pada sediaan gel yang mengandung ekstrak. Penentuan SPF dilakukan dengan cara membuat ekstrak dan sediaan gel dalam konsentrasi 1000 ppm kemudian dibaca panjang gelombangnya menggunakan alat spektrofotometer UV-Vis pada panjang gelombang 290-320 nm (Putri dkk., 2019).

HASIL DAN PEMBAHASAN

Profil metabolit sekunder ekstrak daun leilem

Daun leilem yang digunakan sebagai sampel di ekstraksi dengan beberapa variasi konsentrasi pelarut yaitu etanol 50% etanol 70% dan etanol 95%. Metode ekstraksi yang dilakukan adalah maserasi. Pemilihan metode maserasi ditujukan agar supaya metabolit sekunder yang mungkin rentan terhadap pemanasan tidak akan rusak selama proses ekstraksi sehingga pada proses pemisahan semua metabolit dapat terpisahkan dengan baik. Hasil ekstraksi kemudian di uapkan pelarutnya untuk selanjutnya digunakan pada pengujian dengan metode kromatografi lapis tipis (KLT).



Gambar 1. Hasil Kromatogram ekstrak etanol 50 % (1), etanol 70% (2) dan etanol (95%). Keterangan: Perbandingan pelarut n-heksan dan etil asetat, A = n-heksan : etil asetat, 1:1 penampak uv 366 nm, B = n-heksan : etil asetat, 1:3 penampak uv 366 nm, C= n-heksan : etil asetat, 1:5 penampak uv 366 nm, D = n-heksan : etil asetat, 1:8 penampak UV 366 nm, E = n-heksan : etil asetat, 1:10 penampak UV 366 nm, F = n-heksan : etil asetat, 8:1 penampak UV 366 nm, G = n-heksan : etil asetat, 5:1 penampak UV 366 nm, H = n-heksan : etil asetat, 3:1 penampak uv 366 nm, I = n-heksan : etil asetat 10:1 penampak UV 366 nm, J = n-heksan : etil asetat 10:1 penampak UV 254 nm

Eluent yang digunakan untuk KLT adalah campuran antara pelarut n-heksan dan etil asetat dengan beberapa perbandingan. Pemilihan eluen ini akan sangat mempengaruhi metabolit sekunder yang nantinya akan di pisahkan dari ekstrak etanol. Proses kromatografi lapis tipis dilakukan dengan menggunakan fase diam berupa plat kromatografi lapis tipis GF₆₀ berukuran 4x10 cm yang dimasukkan

dalam *chamber* yang sebelumnya telah dijenuhkan terlebih dahulu. Ekstrak daun leilem yang digunakan sebagai sampel dilarutkan dengan menggunakan pelarut etanol 96% sebelum ditotolkan pada lempeng. Hasil dari kromatografi lapis tipis di amati pada lampu UV dengan panjang gelombang 254 dan 366 nm.

Pemilihan pelarut atau eluen pada metode kromatografi lapis tipis didasarkan pada kepolaran dari pelarut tersebut di mana n-heksan dapat menarik senyawa yang bersifat non polar seperti sterol, terpenoid dan aglikon. Sedangkan untuk pelarut etil asetat bersifat semipolar yang mampu menarik senyawa-senyawa seperti alkaloid, saponin, flavonoid dan tanin. Perbedaan perbandingan pelarut ditujukan agar supaya semua metabolit sekunder dengan kepolarannya masing-masing dapat terpisahkan dengan baik.

Gambar 1 merupakan hasil kromatografi lapis tipis di mana dari sembilan fase gerak yang digunakan hanya pada perbandingan fase gerak n-heksan : etil asetat 10:1 yang menampakkan noda pada sinar UV panjang gelombang 254 dan 366 nm, sedangkan pada lempeng dengan eluen lainnya hanya menampakkan noda pada sinar UV 366 nm. Pada metode ini eluen n-heksan : etil asetat dengan perbandingan 3:1 menunjukkan pemisahan yang terbaik dimana pada perbandingan eluen tersebut terdapat beberapa bercak noda yang muncul yang dapat mewakili metabolit sekunder pada ekstrak etanol daun leilem. Sedangkan pemisahan yang terjadi pada eluen n-heksan:etil asetat 10:1 menunjukkan bercak pada panjang gelombang 254 dan 366 dan yang lainnya hanya menunjukkan bercak noda pada sinar UV panjang gelombang 254 nm sehingga dapat dilihat bahwa sebagian besar bercak noda pemisahan berfluorensi dengan sinar UV 254 membentuk noda yang berwarna merah muda-keunguan dan noda bekas penotolan berwarna putih dan juga ada yang berwarna merah muda.

Profil kromatogram yang ada menunjukkan bahwa sebagian besar senyawa metabolit sekunder yang terpisahkan adalah bersifat semi polar dan non polar. Lempeng KLT bersifat polar sedangkan bercak noda yang banyak nampak pada pelarut nonpolar. Hal ini terjadi karena senyawa metabolit sekunder yang bersifat polar tertahan di bagian lempeng KLT yang bersifat polar sementara senyawa yang bersifat nonpolar terbawa ikut dengan pelarut pada saat proses elusi.

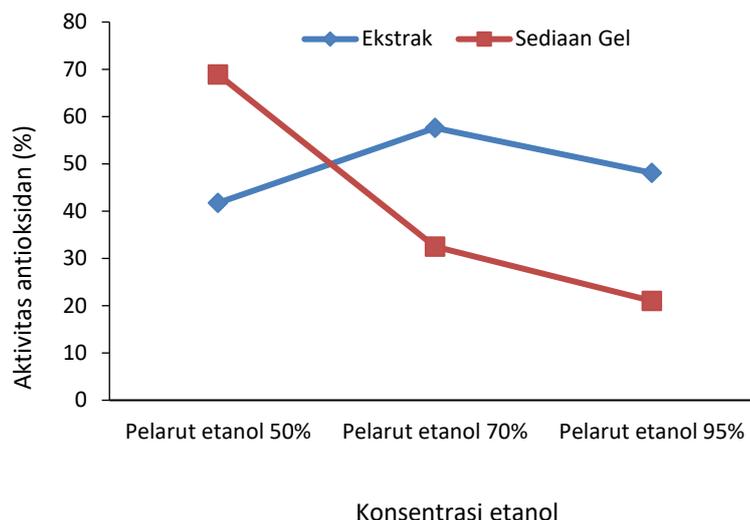
Aktivitas antioksidan ekstrak dan sediaan gel

Pengujian aktivitas antioksidan dalam penelitian ini menggunakan metode DPPH dan konsentrasi 200 ppm. Ekstrak etanol daun leilem dan sediaan gel yang mengandung bahan aktif berupa ekstrak etanol daun leilem dilarutkan dalam pelarut etanol. Aktivitas antioksidan ekstrak dan sediaan gel dapat dilihat pada Tabel 1.

Tabel 1. Hasil uji aktivitas antioksidan ekstrak dan sediaan gel daun leilem

Sampel	% Inhibisi
Ekstrak etanol 50%	41,73±1,69
Ekstrak etanol 70%	57,60±0,75
Ekstrak etanol 95%	48,13±0,94
Gel Ekstrak etanol 50%	68,92±0,73
Gel Ekstrak etanol 70%	32,46 ±1,71
Gel Ekstrak etanol 95%	21,01±1,22

Hasil penelitian menunjukkan bahwa ekstrak etanol 70% memiliki aktivitas antioksidan yang tertinggi disbanding dengan ekstrak etanol lainnya. Sedangkan untuk sediaan gel ekstrak etanol aktivitas antioksidan tertinggi ada pada sediaan gel dengan ekstrak etanol 50%.



Gambar 2. Grafik perbandingan aktivitas antioksidan ekstrak dan sediaan gel daun leilem

Berdasarkan Gambar 2 dapat dilihat bahwa pada sediaan gel ekstrak etanol 70% dan 95% aktivitas antioksidannya menurun dibandingkan dengan sebelum diformulasikan. Sedangkan pada sediaan gel ekstrak etanol 50% terjadi peningkatan aktivitas antioksidan, dimana sebelum diformulasikan ekstrak etanol 50% memiliki aktivitas antioksidan paling rendah dan setelah diformulasikan dalam sediaan gel aktivitas antioksidannya meningkat serta menjadi sediaan yang memiliki aktivitas antioksidan paling tinggi. Hal tersebut menyatakan bahwa jenis sediaan yang digunakan sangat berpengaruh terhadap aktivitas antioksidan dimana pada penelitian sebelumnya menggunakan fraksi dan ekstrak kasar daun leilem yang diformulasikan dalam sediaan krim memberikan hasil aktivitas antioksidan yang semuanya menurun setelah diformulasikan (Suoth dkk., 2022)

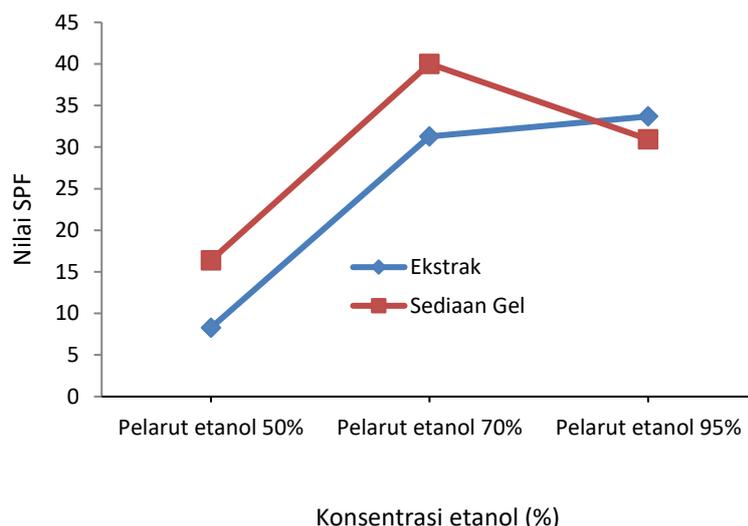
Penentuan nilai SPF ekstrak dan sediaan gel

Penentuan nilai SPF dilakukan secara *in vitro* dengan metode spektrofotometri. Penentuan nilai SPF dilakukan pada konsentrasi 1000 ppm baik ekstrak maupun sediaan gel. Penggunaan konsentrasi yang sama ini bertujuan untuk melihat kestabilan dari ekstrak dalam sediaan. Hasil penentuan nilai SPF ekstrak dan sediaan gel dapat dilihat pada Tabel 2.

Tabel 2. Nilai SPF dari ekstrak dan sediaan gel daun leilem

Sampel	Nilai SPF
Ekstrak etanol 50%	8,28
Ekstrak etanol 70%	31,28
Ekstrak etanol 95%	33,68
Gel Ekstrak etanol 50%	16,38
Gel Ekstrak etanol 70%	40,01
Gel Ekstrak etanol 95%	30,92

Penentuan nilai SPF dilakukan untuk melihat apakah aktivitas antioksidan yang dimiliki oleh ekstrak daun leilem dapat digunakan untuk menangkap efek buruk dari sinar matahari dengan menjadikan ekstrak sebagai tabir surya yang berfungsi untuk melindungi kulit dari bahaya radikal bebas yang terbentuk karena adanya sinar matahari. Nilai SPF yang diperoleh menunjukkan bahwa ekstrak etanol 95% memiliki nilai SPF yang paling tinggi dibanding ekstrak lainnya. Namun setelah diformulasikan ekstrak etanol 70% memiliki nilai SPF yang lebih tinggi dibandingkan dengan sediaan lainnya.



Gambar 3. Grafik perbandingan nilai SPF ekstrak dan sediaan gel daun leilem

Hasil penelitian yang ditunjukkan lewat Gambar 3 menunjukkan bahwa jenis sediaan sangat mempengaruhi nilai SPF yang dihasilkan. Nilai SPF dari sediaan gel dengan bahan aktif ekstrak etanol 50 % dan 70% meningkat dibandingkan dengan nilai SPF ekstrak sedangkan nilai SPF ekstrak etanol 95% menurun setelah diformulasikan dalam sediaan gel. Dari hal tersebut juga dapat digambarkan bahwa metabolit sekunder yang terkandung dalam ekstrak akan memberikan efek maksimal pada sediaan yang cocok. Nilai SPF dari sediaan gel ekstrak daun leilem yang diperoleh baik itu pada ekstrak etanol 50%, 70% dan 95% masuk dalam kategori proteksi ultra.

KESIMPULAN

Hasil penelitian menyimpulkan bahwa ekstrak daun leilem dengan pelarut etanol 50%, 70% dan 95% memberikan profil kromatogram yang baik pada eluen n-heksan dan etil asetat. Ekstrak etanol daun leilem juga memiliki aktivitas antioksidan yang baik serta memiliki nilai SPF untuk sediaan gel yang masuk dalam kategori proteksi ultra.

DAFTAR PUSTAKA

- Anita, D.P., & Dyah, A.S. 2018. Evaluasi karakteristik fisika kimia dan nilai spf sediaan gel tabir surya ekstrak etanol daun kersen (*Muntingia calabura* L). *Jurnal Pharmascience*, 5(2), 153-162.
- Avianka, V., Mardhiani, Y.D., & Santoso, R. 2022. Studi pustaka peningkatan nilai SPF pada tabir surya dengan penambahan bahan alam. *Jurnal Sains dan Kesehatan*, 4(1), 79-88.
- Kalonio, D.E., Hendriani, R. & Barung, E., 2017. Aktivitas antikanker tanaman genus *Clerodendrum*. *Traditional Medicine Journal*, 22(3), 182-189.
- Minerva, P. 2019. Penggunaan tabir surya bagi kesehatan. *Jurnal Pendidikan dan Keluarga*, 11(1), 95-101
- Normansyah, A., Ariantari, N.P., & Astuti, K.W. 2018. Profil kandungan kimia ekstrak etanol 80% kulit batang *Michelia champaca* L. dengan kromatografi lapis tipis dan pereaksi pendeteksi. *Jurnal Farmasi Udayana*. 2(3), 153-157
- Putri, D.Y., Kartahamidjaja, H., & Lisna, I. 2019. Formulasi dan evaluasi losion tabir surya ekstrak daun stevia. *Jurnal Sains Farmasi dan Klinik*, 6(1), 32-36.
- Suoth, E.J., Datu, O., Jayanti, M., & Wehantow, F., 2022. Analisis fitokimia dan uji antioksidan ekstrak dan fraksi sediaan krim daun leilem. *Chemistry Progress*, 15(2), 56-62.
- Suryanto, E., & Suoth, E.J. 2019. *Fitokimia I*. CV Patra Media Grafindo, Bandung.
- Wardhani, K.L., & Sulistyani, N. 2012. Uji aktivitas antibakteri ekstrak etil asetat daun binahong (*Anredera scandens* (L.) Moq.) terhadap *Shigella flexneri* beserta profil kromatografi lapis tipis. *Jurnal Ilmiah Kefarmasian*, 2(1), 1-16.